

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-342427

(43)Date of publication of application : 27.11.1992

(51)Int.Cl.

C03B 8/04  
C03B 20/00  
C03B 37/018  
C03C 3/06  
G02B 6/00

(21)Application number : 03-139446

(71)Applicant : FUJIKURA LTD

(22)Date of filing :

16.05.1991

(72)Inventor : SETO KATSUYUKI

SHAMOTO NAOKI

TSUMANUMA KOUJI

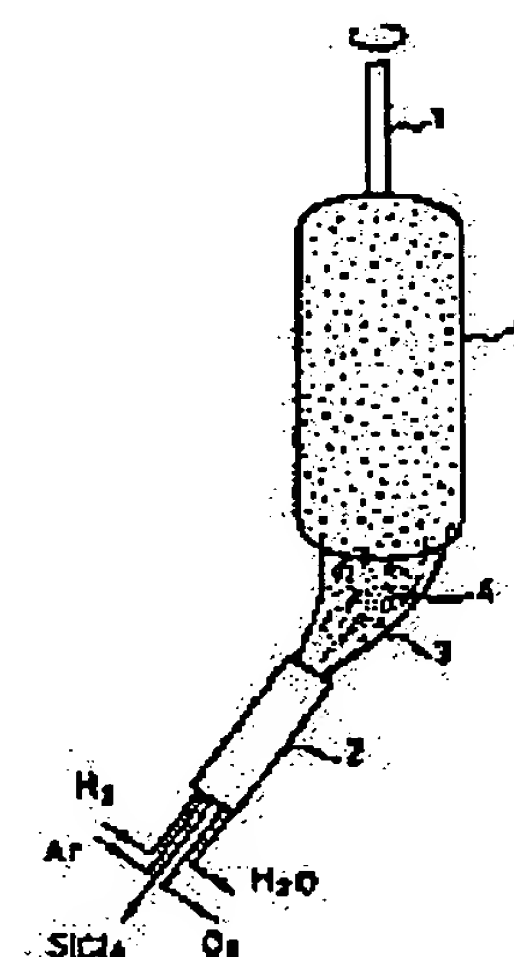
SANADA KAZUO

## (54) PRODUCTION OF HIGH-LEVEL OH GROUP-CONTAINING SILICA GLASS

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide the title glass suitable for the transmission of ultraviolet region.

**CONSTITUTION:** An Si compound such as  $\text{SiCl}_4$  is fed into an oxyhydrogen flame together with  $\text{H}_2\text{O}$  vapor to produce fine silica glass particles, which are, in turn, heated at high temperatures into a transparent glass. Specifically, using a concentric multitubular burner 2, the central port is fed with an Si compound such as  $\text{SiCl}_4$ , its outside with  $\text{H}_2$  gas, Ar gas and  $\text{O}_2$  gas, and the outermost layer with  $\text{H}_2\text{O}$  vapor. The fine silica glass particles containing a large quantity of OH group produced in the oxyhydrogen flame 3 are accumulated at the tip of or around a rod 1 as a preform 5. This preform is then made into a transparent glass, thus obtaining the objective glass containing OH group at a level of 800-1000ppm or so.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-342427

(43) 公開日 平成4年(1992)11月27日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B	8/04	6971-4G		
	20/00	6971-4G		
	37/018	A 8821-4G		
		C 8821-4G		
C 0 3 C	3/06	6971-4G		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 3 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-139446

(22) 出願日 平成3年(1991)5月16日

(71) 出願人 000005186

藤倉電線株式会社

東京都江東区木場1丁目5番1号

(72) 発明者 瀬戸 克之

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(72) 発明者 社本 尚樹

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(72) 発明者 妻沼 孝司

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(74) 代理人 弁理士 竹内 守

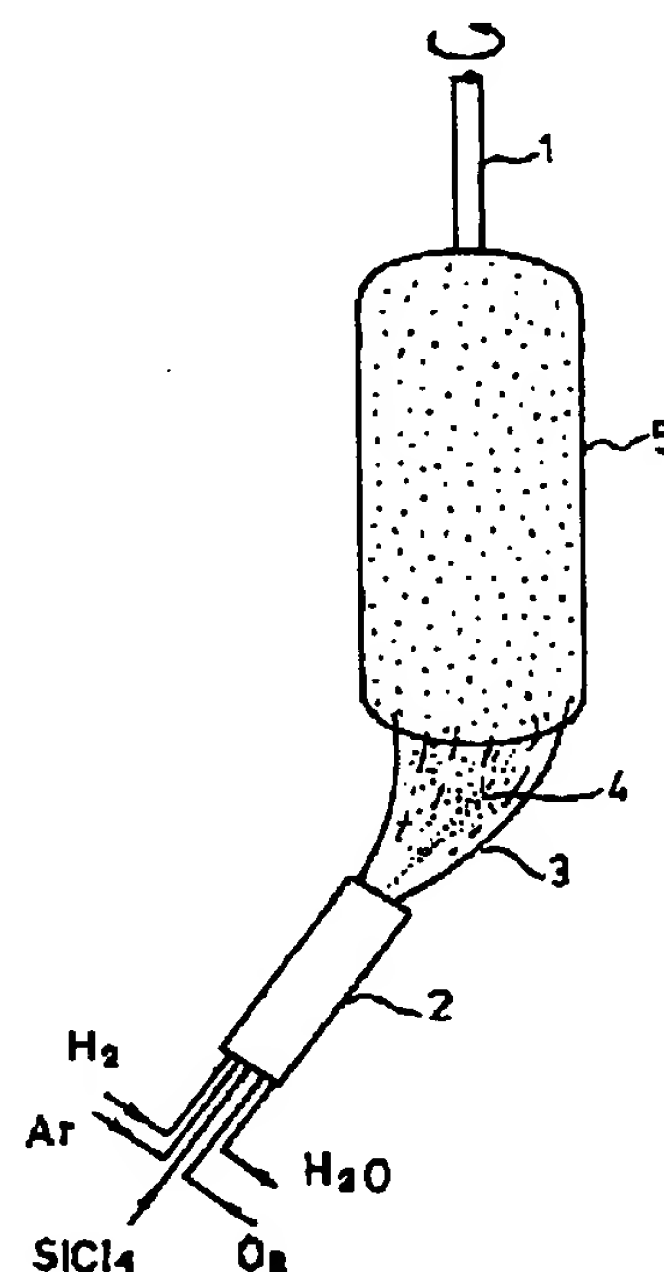
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高OH基含有石英ガラスの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 紫外域の伝送に適した高OH基含有SiO<sub>2</sub>ガラスを得る方法を提供する。

【構成】 SiCl<sub>4</sub>等のSi化合物をH<sub>2</sub>O蒸気とともに酸水素炎中に供給して、SiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を生成し、これを高温下で加熱して透明ガラス化する。具体的には、同心多重管バーナ2を用いて、その中心口にSiCl<sub>4</sub>等のSi化合物、その外側にH<sub>2</sub>ガス、Arガス、O<sub>2</sub>ガス、最外層にH<sub>2</sub>O蒸気を供給する。酸水素炎3中で生成された多量のOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子4をロッド1の先端もしくは周りに堆積させてプリフォーム5とする。このプリフォーム5を透明ガラス化して800~1000ppm程度の高OH基含有SiO<sub>2</sub>ガラスとする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 火炎内にSi化合物と水蒸気とを供給してOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を得、これを出発部材の先端もしくは周囲に堆積して多孔質ガラス体となし、次いで、透明ガラス化することを特徴とする高OH基含有石英ガラスの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、紫外光伝送用ファイバに用いるに好適な高OH基含有石英ガラスの製造方法に関するもので、ガラス内に簡単にOH基を多量に含有させうる方法を提供する。

【0002】

【従来の技術】石英系光ファイバは、通信、照明光伝送媒体として広く使用されているが、近年、紫外光伝送用としても着目されるようになってきた。例えば、紫外線硬化型樹脂の硬化用、ステッパ用高圧水銀光の伝送、あるいはエキシマレーザ光の伝送などとして有用なものと注目されてきている。

【0003】一般に、紫外光伝送用の石英系光ファイバにおいては、コアにはGeドープSiO<sub>2</sub>ガラスではなく、純粋SiO<sub>2</sub>ガラスが用いられ、クラッドにはフッ素ドープSiO<sub>2</sub>ガラスが用いられている。その理由は、Geをドープすることにより、レイリ散乱による損失が増すからである。加えて、紫外域での伝送損失を小さくするために、コアには脱水処理しないもの、つまり、OH基を多く含むものが使用される。その理由は、現在のところ原因は定かではないが、OH基が増すほどに紫外域での伝送損失が小さくなるという現象があるからである。

【0004】そして、その製法としては、火炎加水分解法により得られた、OH基を含んだSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を脱水処理することなく、そのままHe雰囲気の高温で透明ガラス化する方法があげられる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような方法によって得られるファイバ内に含有されるOH基の濃度は、せいぜい50～100ppm程度が限度であった。そこで、OH基濃度をあげるために、火炎を構成する酸素と水素量を増加させることが考えられるが、両者の供給量を増すと、火力が強くなって密度の高いガラス微粒子となり、OH基がドープされにくくなるという問題がある。

【0006】

【課題を解決するための手段】この発明は、以上の観点から簡単な方法で高OH基含有石英ガラスを製造しようとするもので、その特徴とするところは、火炎内にSi化合物と水蒸気とを供給してOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を得、これを出発部材の先端もしくは周囲に堆積して多孔質ガラス体となし、次いで、透明ガラス化す

ることにある。かくして得られたSiO<sub>2</sub>ガラスは、800～1000ppm程度のOH基を含有する。

【0007】なお、火炎内へのSi化合物と水蒸気の供給には、同心多重管バーナを用いるのが好適であり、その場合、バーナの中心にSi化合物を、その周りに水素ガス、酸素ガスを、最外層にH<sub>2</sub>O蒸気を供給する方が好ましい。その理由は、バーナの中心のSi化合物供給口直上の第2層目にH<sub>2</sub>O蒸気を供給すると、両者がすぐさま反応してSiO<sub>2</sub>を形成してしまい、SiO<sub>2</sub>ガラス微粒子へのOH基含有量が低下するからである。

【0008】なお、この方法によって得られるSiO<sub>2</sub>ガラスロッドは光ファイバのコア用として用いることができる。その場合、このSiO<sub>2</sub>ガラスロッドの周りに、上記と同様にして得たOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を堆積して多孔質ガラス体となし、フッ素含有ガス雰囲気中で透明ガラス化することによってクラッド用のフッ素ドープSiO<sub>2</sub>ガラス層を形成し、光ファイバプリフォームとする。このプリフォームを線引きすると、紫外光伝送用高OH基含有光ファイバが得られる。

【0009】

【作用】酸水素炎内にSi化合物を供給して火炎加水分解法によりSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を生成するときに、同時にH<sub>2</sub>O蒸気を供給するので、火力を強めることなく多量のOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子となる。このSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子をそのまま透明ガラス化すると、OH基含有の多いSiO<sub>2</sub>ガラスとなる。

【0010】

【実施例】図1は、この発明方法をVAD法に適用して、OH基含有量の多いSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を得る様子を示したものである。図において、1は垂直に支承され、その軸の周りに回転する出発部材であり、2はこの出発部材の下端に斜め下方向から対峙する同心多重管バーナで、その中心から外側に向かってSiCl<sub>4</sub>等の原料ガス、H<sub>2</sub>ガス、Arガス、O<sub>2</sub>ガス、H<sub>2</sub>O蒸気が供給される。3は酸水素炎である。4はこの炎中で火炎加水分解反応によって生成されたSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子で、同時に供給されたH<sub>2</sub>O蒸気存在により多量のOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子からなるプリフォームである。このプリフォームを高温下で透明ガラス化して多量のOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラスとする。

【0011】（具体例1）この発明の具体例を図1の方法により説明すれば、以下のとおりである。出発部材1としてSiO<sub>2</sub>ロッドを用い、これを垂直に支承するとともに、その軸の周りに30rpmで回転させた。同心多重管バーナ2には、その中心口にSiCl<sub>4</sub>を300cc/分、2層目にH<sub>2</sub>を250cc/分、3層目にArを100cc/分、4層目にO<sub>2</sub>を125cc/分、最外層にH<sub>2</sub>Oを100cc/分、流した。かくして、SiO<sub>2</sub>ロッド先端にSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を堆積させ直径60mmにした。この堆積したSiO<sub>2</sub>ガラス微粒

子を2000℃のHe雰囲気中で透明ガラス化して直径30mmのSiO<sub>2</sub>ガラス体とした。このガラス体中のOH基のドーパ量を、光ファイバにおけるOH基による吸収損失を測定することにより換算したところ、約800ppmであつた。

【0012】(具体例2)次に、具体例1で得られた約800ppmを含むSiO<sub>2</sub>ガラス体の周りに外付け法によりクラッド用のSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子層を5mm厚さに形成した。なお、この際、H<sub>2</sub>O蒸気は供給しなかった。こうして得られたSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子層をフッ素含有ガス雰囲気中で透明ガラス化した。最後に得られたコア-クラッド型ロッドを線引きして直径125μmのファイバとなし、その上にUV硬化型樹脂をコーティングして光ファイバとした。この光ファイバを用いて、300nmの紫外光を伝送したところ、その損失は80dB/kmであり、従来のH<sub>2</sub>O蒸気を供給することなく作製したSiO<sub>2</sub>コア-フッ素ドーパSiO<sub>2</sub>クラッドファイバの損失が120dB/kmであるのに比較して大きく改善されたものであつた。

【0013】

【発明の効果】この発明方法は、以上のように酸水素炎中にSi化合物とH<sub>2</sub>O蒸気とを供給してSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を生成し、これを透明ガラス化する方法であるので、酸水素炎の火力を強めることなくSiO<sub>2</sub>ガラス微粒子を生成でき、もって多量のOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラスを得ることができる。したがって、こうして得られた多量のOH基を含むSiO<sub>2</sub>ガラスを用いて光ファイバを作製すると、低損失の紫外光伝送用光ファイバとすることができる。

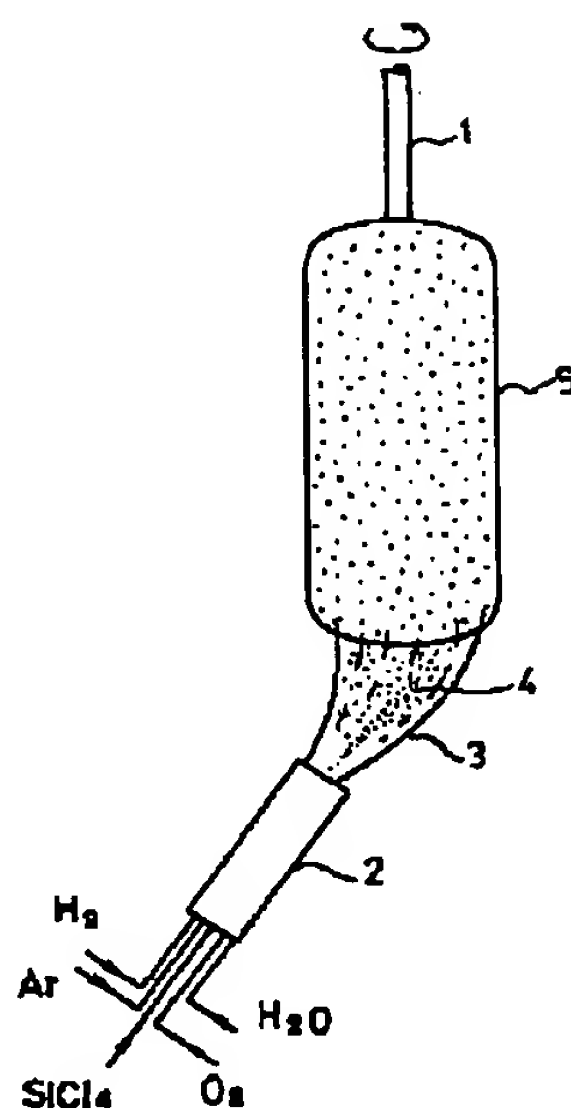
【図面の簡単な説明】

【図1】この発明方法に用いられる装置の概略図である。

【符号の説明】

- 1 出発部材
- 2 同心多重管バーナ
- 3 酸水素炎
- 4 SiO<sub>2</sub>ガラス微粒子
- 5 プリフォーム

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 0 2 B 6/00

識別記号

3 5 6 A 7036-2K

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

(72)発明者 真田 和夫

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社  
佐倉工場内